



УТВЕРЖДАЮ  
Проректор ТПУ по науке и  
стратегическим проектам, к.ф.-м.н.  
А.С. Гоголев



« 10 » \_\_\_\_\_ 2024 г.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного автономного  
образовательного учреждения высшего образования  
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Диссертация «Совместное определение платины и родия в сплавах методом инверсионной вольтамперометрии на модифицированных графитовых электродах» по специальности 1.4.2 Аналитическая химия выполнена на базе отделения химической инженерии инженерной школы природных ресурсов федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет».

Соискатель Егошина Анастасия Владимировна, 1995 года рождения, в 2023 году окончила аспирантуру федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по направлению 04.06.01 Химические науки.

Основное место работы соискателя – ОАО «Красцветмет», научный сотрудник в Научно-технологическом центре.

Справка о сдаче кандидатского экзамена по специальности 1.4.2 Аналитическая химия выдана в 2023г в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет». Кандидатские экзамены отражены в приложении к диплому об окончании аспирантуры с квалификацией «Исследователь. Преподаватель-исследователь».

Тема диссертационной работы утверждена решением ученого совета Инженерной школы природных ресурсов федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» от «11» ноября 2020г., протокол № 4.

Научный руководитель: Слепченко Галина Борисовна, доктор химических наук, профессор отделения химической инженерии Инженерной школы природных ресурсов федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» назначен приказом по организации №150-11/с от «30» мая 2022г.

Диссертация Егошиной А.В. соискателя является научно-квалификационной работой, в которой содержится решение научной задачи по совместному определению ионов платины (II, IV) и родия (III) методом инверсионной

вольтамперометрии с применением графитового электрода, модифицированного свинцом.

По итогам обсуждения принято следующее заключение.

- Актуальность темы и направленность исследования.

Металлы платиновой группы нашли свою область применения благодаря исключительным физико-химическим характеристикам: высокая температура плавления и кипения, малая химическая активность, высокая коррозионная стойкость и способность сохранять неизменными свои свойства в широком диапазоне температур, давления и состава агрессивных сред, специфические каталитические свойства и т.д.

Одна из важных проблем любой сферы драгоценных металлов — аналитический контроль, который является неотъемлемой частью всех этапов технологии и гарантом качества продукции.

В настоящее время для определения содержания платины и родия, как и других платиновых металлов, в твердых объектах традиционно проводят операцию растворения для перевода металлов в раствор, а после определяют концентрацию металлов в растворе различными методами.

На практике при выборе анализа аналитическая лаборатория руководствуется рядом факторов: надежность данных, экспрессность и конкурентная себестоимость анализа.

Определение металлов платиновой группы с помощью инверсионной вольтамперометрии является высокоточным, с возможностью определять элементы на уровне ppm, но в то же время простым и воспроизводимым методом анализа, цена которого в десятки раз ниже дорогостоящих приборов.

Однако прямое определение как платины, так и родия с помощью ИВА невозможно. Поэтому применяют техники по модифицированию графитового электрода более электроотрицательным металлом – металлом-модификатором. Актуальность заключается в том, что разработана и представлена методика совместного определения платины и родия в сплавах методом инверсионной вольтамперометрии с применением модифицированного графитового электрода.

- Личное участие соискателя в получении результатов, изложенных в диссертации.

Личный вклад соискателя состоял в проведение экспериментальных исследований, их анализ, обработка и интерпретация полученных результатов по определению платины и родия методом ИВА а также разработка и апробирование схемы, состоящей из вскрытия технических изделий на основе платины и родия с последующим отделением сопутствующих компонентов на базе ОАО «Красцветмет».

- Степень достоверности результатов проведенных исследований.

Степень достоверности результатов подтверждается воспроизводимостью значений результатов исследований, сопоставимостью с литературными источниками и результатами анализа элементов в государственных стандартных образцах платинородиевых сплавов и сравнительным анализом методом АЭС-ИСП.

- Новизна результатов проведенных исследований.

1. Установлена природа анодного пика на вольтамперной кривой при электроокислении осадка свинец-платина с поверхности ГЭ, отвечающая процессу селективного электроокисления свинца из интерметаллического соединения (ИМС) с платиной.

2. Термодинамически рассчитан равновесный потенциал электрода  $Pb^{2+}/Pb(Pt)$  в приближении теории регулярных растворов. Показано, что селективное электроокисление свинца из ИМС с платиной  $PtPb$  происходит при перенапряжении 0,05 В.

3. Впервые показано, что пик при потенциале -0,3 В можно использовать в качестве аналитического сигнала для совместного определения содержаний Pt (II, IV) и родия (III) методом ИВА.

4. Установлено, что при совместном определении ионов платины и родия по пику селективного электроокисления свинца из ИМС предел обнаружения для платины (II, IV) и родия (III) составляет соответственно – 0,82 мг/дм<sup>3</sup> и 0,45 мг/дм<sup>3</sup>.

5. Получена новая информация о поседении платинородиевого сплава в смеси азотной и соляной кислот при различных условиях, а также о положительном влиянии процесса механоактивации на вскрытие сплава.

– Практическая значимость результатов проведенных исследований.

1. Разработана инверсионная вольтамперметрическая методика совместного определения платины и родия по пикам селективного электроокисления свинца из ИМС с платиной  $PbPt$  и родием  $Pb_2Rh$  и установлены ее основные метрологические характеристики.

2. Разработана методика пробоподготовки отработанных технических изделий на основе платинородиевого сплава для инверсионного вольтамперметрического определения платины и родия, позволяющая эффективно вскрывать упорные сплавы с различной долей родия и отделять ионы определяемых ионов металлов от благородных металлов. Данная методика может быть рекомендована к использованию в аналитических лабораториях, занимающихся благородными металлами.

– Ценность научных работ соискателя и полнота изложения материалов в опубликованных работах.

Ценность научных работ соискателя заключается в разработке алгоритма вольтамперметрической методики совместного определения ионов платины (II, IV) и родия (III) в солянокислых растворах с использованием модифицированного графитового электрода. Методика позволяет расширить методическое знание в области электроанализа металлов платиновой группы.

Полученные данные по вольтамперметрическому определению ионов платины (II, IV) и родия (III) в отработанных технических изделиях на основе платинородиевых сплавов являются оригинальными, предложенные алгоритмы пробоподготовки данных объектов представляют практическую значимость.

Материалы диссертации изложены в 11 работах, опубликованных соискателем, из них 3 статьи, 2 из которых, индексируемые базой данных Scopus и 1 статья в журнале, рекомендованном ВАК, а также в 8 докладов трудов международных и всероссийских конференций.

1. **Egoshina A. V., Koltakova N. A.** Determination of Platinum and Rhodium by Stripping Voltammetry //Journal of Analytical Chemistry. – 2021. – Т. 76. – С. 1435-1437. DOI: 10.1134/S1061934821120054

2. Kolpakova N. A., **Egoshina A. V.** Selective Electrooxidation of Lead from Binary Electrolytic Lead-platinum Precipitate //Journal of Analytical Chemistry. – 2021. – Т. 76. – С. 1002-1006. DOI: 10.1134/S1061934821080086

3. **Егошина А. В.** Интенсификация вскрытия упорного сплава на основе платины и родия //Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023. – Т. 89. – № 10. – С. 5-11. DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-10-5-11.

Диссертация «Совместное определение платины и родия в сплавах методом инверсионной вольтамперометрии на модифицированных графитовых электродах» Егошиной Анастасии Владимировны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 Аналитическая химия.

Заключение принято на заседании научного семинара Отделения химической инженерии Инженерной школы природных ресурсов ТПУ. Присутствовало на заседании 7 чел. Результаты голосования: «за» 7 - чел., «против» нет - чел., «воздержалось» нет - чел., протокол № 5 от «15» декабря 2023 г.

Председатель научного семинара  
Короткова Е.И., д.х.н., доцент, должность  
заведующая кафедрой – руководитель  
отделения на правах кафедры

  

---

  
(подпись)

Секретарь научного семинара  
Дорожка Е.И.О, к.х.н., доцент ОХИ

 почему  
(подпись)

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ ТПУ

Е. А. Кулинич



